

537, 291

(12) 特許協力条約に基づいて公開された国際出願

02 JUN 2005

(19) 世界知的所有権機関  
国際事務局(43) 国際公開日  
2004年6月17日 (17.06.2004)

PCT

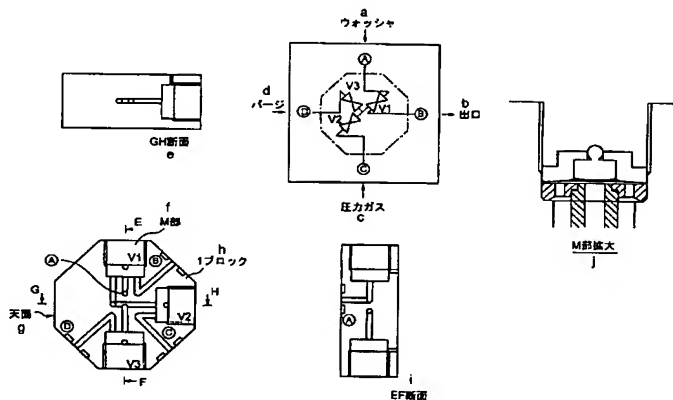
(10) 国際公開番号  
WO 2004/051139 A1

- (51) 国際特許分類: F17D 1/08, H01L 21/31, F16K 27/00
- (21) 国際出願番号: PCT/JP2003/015405
- (22) 国際出願日: 2003年12月2日 (02.12.2003)
- (25) 国際出願の言語: 日本語
- (26) 国際公開の言語: 日本語
- (30) 優先権データ:  
特願2002-350438 2002年12月2日 (02.12.2002) JP
- (71) 出願人 (米国を除く全ての指定国について): 株式会社渡邊商行 (KABUSHIKI KAISHA WATANABE SHOKO) [JP/JP]; 〒103-0022 東京都中央区日本橋室町4丁目2番16号 Tokyo (JP).
- (72) 発明者; および
- (75) 発明者/出願人 (米国についてのみ): 深川 満 (FUKAGAWA, Mitsuru) [JP/JP]; 〒103-0022 東京都中央区日本橋室町4丁目2番16号 株式会社ワコム電創内 Tokyo (JP).
- (74) 代理人: 福森 久夫 (FUKUMORI, Hisao); 〒102-0074 東京都千代田区九段南4丁目5番11号 富士ビル 2階 Tokyo (JP).
- (81) 指定国 (国内): AE, AG, AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, HR, HU, ID, IL, IN, IS, KE, KG, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, MA, MD, MG, MK, MN, MW, MX, MZ, NI, NO, NZ, OM, PG, PH, PL, PT, RO, RU, SC, SD, SE,

[続葉有]

(54) Title: RAW SOLUTION FEEDING SYSTEM FOR VAPORIZER AND METHOD OF CLEANING THE RAW SOLUTION FEEDING SYSTEM

(54) 発明の名称: 気化器への原料溶液供給系及び気化器への原料溶液供給系の洗浄方法



a...WASHER  
b...OUTLET  
c...PRESSURE GAS  
d...PURGE  
e...GH SECTION  
f...M PART  
g...TOP FACE  
h...MONOBLOCK  
i...EF SECTION  
j...ENLARGEMENT OF M PART

(57) Abstract: A monoblock valve that enables performing cleaning of not only the interior thereof but also raw solution feeding lines easily within a short period of time, and a monoblock valve that minimizes the residue of by-products and reaction products. In particular, a monoblock valve wherein not only the retention zone provided therein but also the internal volume thereof is reduced. The connection with constituent members of a liquid material feeding tank, a liquid material vaporizer, etc. is accomplished by direct valve connection to such constituent members by means of a metallic sealing member with the intent to reduce the internal volume of piping.

[続葉有]

BEST AVAILABLE COPY

WO 2004/051139 A1



SG, SK, SL, SY, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US,  
UZ, VC, VN, YU, ZA, ZM, ZW.

TR), OAPI 特許 (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ,  
GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

(84) 指定国 (広域): ARIPO 特許 (BW, GH, GM, KE, LS,  
MW, MZ, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), ユーラシア特  
許 (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), ヨーロッ  
パ特許 (AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI,  
FR, GB, GR, HU, IE, IT, LU, MC, NL, PT, RO, SE, SI, SK,

添付公開書類:

— 国際調査報告書

2文字コード及び他の略語については、定期発行される  
各PCTガゼットの巻頭に掲載されている「コードと略語  
のガイダンスノート」を参照。

(57) 要約: モノブロックバルブ内及び原料溶液供給ラインの洗浄を短時間でかつ容易に行うことが可能となるモノ  
ブロックバルブを提供すること。副生成物乃至反応生成物の残留が極めて少なくなるモノブロックバルブを提供す  
ること。バルブ内の停留部を少なくし、内容積を少なくする。液体材料供給タンクや液体材料気化器等の構成部  
材との接続は、配管内容積の低減を目的として金属製のシール部材を使用して構成部材に直接バルブを接続する。

## 明 細 書

## 気化器への原料溶液供給系及びMOCVD装置並びに洗浄方法

## 5 技術分野

本発明は、半導体メモリ装置や半導体装置を製造するための装置を構成する配管系で使用される遮断弁に関し、特に液体材料供給を目的とする配管系で使用され、バルブ内部の洗浄とクリーニングを効果的に行えうことができる気化器への原料溶液供給系に関する

## 10 背景技術

近年、F e R A M ( F e r r o e l e c t r i c - R a n d o m - A c c e s s - M e m o r y ) のようなキャパシタを用いる半導体メモリ装置や半導体装置に対して、更なるキャパシタの高集積化を目的として、より比誘電率の高い誘電体材料 P Z T [ ( P b , Z r ) T i O <sub>3</sub> ] 、 B S T [ ( B a , S r ) T i O <sub>3</sub> ] 、 S B T [ S r B i T a <sub>y</sub> O <sub>z</sub> ] 等が検討されている。これらの誘電体材料はCVD法によりウェハ上に成膜されるが、ウェハ上以外の装置内や配管内等に、(1)成膜反応による副生成物、(2)配管内に残留した誘電体成膜材料に対する反応活性を有する分子との反応による反応生成物が生成され付着堆積する。このウェハ上以外に付着堆積した生成物は、パーティクルの発生源となり歩留まりの低下を招いたり、材料供給配管内の詰まりに伴う材料供給流量不足を招いたり、材料供給配管系に構成されたバルブの弁座に堆積することによる弁座漏れを発生させたりする。これらの問題を解決するための装置内クリーニング方法が、特開2001-176807号公報等に提案されているが、装置を構成するバルブ内部の洗浄とクリーニングに関する提案はない。

25 液体原料を気化器に供給するシステムとして図Xに示すようシステムが従来採用されている。すなわち、原料タンク102に二本のパイプ105a、105bが挿入されている。パイプ105aはバルブ103c、パイプ104b、バルブV01を介してガス源に接続されている。パイプ105aとバルブV03との接続には継手103cが用いられている。他の部分においてもパイプとバルブとの接続には継

手が用いられている。

一方、パイプ105bは、バルブV04、パイプ104a、バルブV05、パイプ104c、バルブV07を介して気化器に接続されている。

また、パイプ104bとパイプ104aとの間にはバルブV02が設けられている。  
5

気化器に原料液を供給する際は、バルブV02、バルブV06を閉とし、他のバルブは開としておく。ガス源から、Arなどの不活性ガスを原料タンク102内に吹き込み。原料タンク102内の原料液は圧力を受け、パイプ及びバルブを介して気化器101に圧送される。

10 成膜が終了した場合、系のクリーニングを行う。その際は、バルブV03、バルブV04、バルブV07を閉、他のバルブを開とする。ガス源からガスを導入するとガスは、バルブV01、バルブV02、バルブV05、パイプ104c、バルブV06を通過してバルブ内及びパイプ104内がクリーニングされる。

しかし、原料液が通過したパイプ、103a、バルブV04、パイプ104a内はクリーニングされない。すなわち、パイプ104a内はデッドゾーンとなり原料液が残留したままとなっている。そのため、パイプ104a内は継手103bを取り外してからクリーニングせざるを得ない。  
15

本発明は、FeRAMによる半導体メモリ装置や半導体装置を製造するための装置を構成する液体材料供給を目的とする配管系統の、バルブ内部の洗浄とクリーニングを容易にする構造を提供する事により、洗浄とクリーニングに要する時間の短縮と装置の信頼化を図ることを目的とする。  
20

#### 発明の開示

本発明の気化器への原料溶液供給系は、複数の通路と、該複数の通路と連通する複数のバルブとが一つの多面体ブロック内に形成されており、少なくとも一つの面が、液供給タンク乃至液供給先装置にシール部材を介して直接接続できるようにされていることを特徴とする。  
25

本発明のモノブロックバルブは、一端に一通路と他端に二通路を有するバルブV1と、一端に一通路と他端に一通路を有するバルブV2と、一端に一通路と他端に

一通路を有するバルブ V 3 とを該通路とともに一つのブロック内に形成されているバルブであり、

バルブ V 1 の該一端の通路と、バルブ V 1 の該他端の一つの通路と、バルブ V 2 の該一端の通路と、バルブ V 3 の該一端の通路が該ブロック外部にそれぞれ開口部  
5 A、B、C、Dを有し、

バルブ V 1 の該他端の他の一つの通路と、バルブ V 2 の該他端の通路と、バルブ V 3 の該他端の通路とが連通しているモノブロックバルブが用いられていることを特徴とする。

本発明の気化器への原料溶液供給系は、一端に一通路と他端に三通路を有するバルブ V 1 と、一端に一通路と他端に一通路を有するバルブ V 2 と、一端に一通路と  
10 他端に一通路を有するバルブ V 3 と、一端に一通路と他端に二通路と有するバルブ V 4 とを該通路とともに一つのブロック内に形成されているバルブであり、

バルブ V 1 の該一端の通路と、バルブ V 1 の該他端の一つの通路と、バルブ V 2 の該一端の通路と、バルブ V 4 の該一端の通路と、バルブ 4 の該他端の一つの通路  
15 が該ブロック外部にそれぞれ開口部 A、C、B、D、Eを有し、

バルブ V 1 の該他端の他の一つの通路とバルブ V 2 の該他端の通路とが連通し、バルブ V 1 の該他端のさらに他の通路とバルブ V 3 の一端の通路とが連通し、バルブ V 3 の他端の通路とバルブ V 4 の他端の他の通路とが連通しているモノブロックバルブが用いられていることを特徴とする。

20 本発明の気化器への原料溶液供給系は、一端に一通路と他端に二通路を有するバルブ V 1 と、一端に二通路と他端に一通路を有するバルブ V 2 と、一端に一通路と他端に一通路を有するバルブ V 3 と、一端に一通路と他端に一通路と有するバルブ V 4 とを該通路とともに一つのブロック内に形成されているバルブであり、

バルブ V 1 の該一端の通路と、バルブ V 2 の該一端の一つの通路と、バルブ V 3 の該一端の通路と、バルブ V 4 の該一端の通路とが該ブロック外部にそれぞれ開口部 E、C、D、Bを有し、  
25

バルブ V 1 の該他端の一つの通路とバルブ V 3 の該他端の通路とが連通し、バルブ V 1 の該他端の他の通路とバルブ V 2 の他端の通路とが連通し、バルブ V 2 の一端の他の通路とバルブ V 4 の他端の通路とが連通しており、

一端がブロック外部に開口部 A を有し、他端が、バルブ V 1 の該他端の他の通路とバルブ V 2 の他端の通路とを連通する通路に連通しているモノブロックバルブが用いられていることを特徴とする。

5 本発明の気化器への原料溶液供給系は、一端に一通路と他端に一通路を有するバルブ V 1 と、一端に一通路と他端に三通路を有するバルブ V 2 と、一端に一通路と他端に一通路を有するバルブ V 3 と、一端に一通路と他端に二通路と有するバルブ V 4 と、一端に一通路と他端に一通路を有するバルブ V 5 が該通路とともに一つのブロック内に形成されているバルブであり、

10 バルブ V 1 の該一端の通路と、バルブ V 2 の該一端の一つの通路と、バルブ V 3 の該一端の通路と、バルブ V 4 の該一端の通路と、バルブ V 5 の該一端の通路が該ブロック外部にそれぞれ開口部 B、A、D、E、F を有し、

15 バルブ V 1 の該他端の一つの通路とバルブ V 2 の該一端の通路とが連通し、バルブ V 2 の該他端の一つ通路とバルブ V 3 の他端の通路とが連通し、バルブ V 2 の該他端の他の通路とバルブ V 4 の他端の通路とが連通し、バルブ V 4 の他端の他の通路とバルブ V 5 の他端の通路とが連通しており、

一端がブロック外部に開口部 C を有し、他端が、バルブ V 2 の該他端のさらに他の通路と連通しているモノブロックバルブが用いられていることを特徴とする。

本発明の気化器への原料溶液供給系は、バルブ内の通路に原料溶液が表面張力により落下しないようにしておき、該通路にパージガスを流すことを特徴とする。

20 (作用)

バルブ内部の洗浄とクリーニングを容易にする為、次に述べる (1) ~ (4) が特徴となるような構造とした遮断弁を考案し、バルブ内部への誘電体成膜材料に対する反応活性を有する分子の残留を抑制する

(1) 停留部を少なくする

25 ウェット洗浄とガスパージクリーニングをバルブ内流路で効果的に実施する為に、流体の特性 (表面張力) と重力を考慮して、バルブ内部で流体の位置ヘッドの作用により流入と流出が補助されるように設計された金属製ダイアフラムを使用した超高純度流体用バルブとする。

(2) 内容積が少ないバルブとする。

パイプ（配管）内径を2 mm以下とし、更に配管内径に見合った、例えばダイアフラム外径寸法が $\phi$  14 mm以下の金属製ダイアフラムを使用した超高純度流体用バルブとする

- 5 また、この超高純度流体用バルブを複数個同一の弁箱（B o d y）に組み合わせて構成する事により内容積を少なくする。

### （3）弁内部のクリーニング

- 10 液体材料を供給する配管に構成された金属製ダイアフラムを使用した超高純度流体用バルブに対して、ウェット洗浄液とガスパージクリーニングを目的とする流体を供給する複数の超高純度流体用バルブをそのダイアフラム室側に接続し、更にそのダイアフラム室側にはウェット洗浄とガスパージクリーニングを目的とする流体の回収用超高純度流体用バルブを接続することにより、液体材料を供給する配管に構成された金属製ダイアフラムを使用した超高純度流体用バルブのダイアフラム室側弁内部のウェット洗浄とガスパージクリーニングを確実にこなう。

- 15 （4）バルブと構成部材との接続方法液体材料を供給する配管に構成された金属製ダイアフラムを使用した超高純度流体用バルブと、高純度液体材料供給タンクや液体材料気化器等の構成部材との接続は、配管内容積の低減を目的として金属製のシール部材を使用して構成部材に直接バルブを接続する。ここで使用する金属製のシール部材はOリング、Cリング、金属ガスケット等、形状・材質は使用条件に合っていればよい。

### 20 図面の簡単な説明

- 第1図は、実施例1に係るモノブロックバルブを示す図である。  
第2図は、実施例1に係るモノブロックバルブを示す図である。  
第3図は、実施例2に係るモノブロックバルブを示す図である。  
第4図は、実施例2に係るモノブロックバルブを示す図である。  
25 第5図は、実施例3に係るモノブロックバルブを示す図である。  
第6図は、実施例3に係るモノブロックバルブを示す図である。  
第7図は、実施例4に係るモノブロックバルブを示す図である。  
第8図は、実施例4に係るモノブロックバルブを示す図である。  
第9図は、実施例5に係るモノブロックバルブを示す図である。

第 10 図は、実施例 5 に係るモノブロックバルブを示す図である。

第 11 図は、実施例 4, 5 に係るモノブロックバルブの使用例を示す図である。

第 12 図は、実施例に係るモノブロックバルブを用いた原料溶液供給系を示す図である。

5 第 13 図は、従来例に係る原料溶液供給系を示す図である。

符号の説明

1 ブロック

21 原料溶液タンク

10 発明を実施するための最良の形態

(実施例 1)

図 1 及び図 2 に実施例 1 に係るバルブを示す。

本例では、一端に一通路と他端に二通路を有するバルブ V 1 と、一端に一通路と他端に一通路を有するバルブ V 2 と、一端に一通路と他端に一通路を有するバルブ V 3 とを該通路とともに一つのブロック 1 内に形成されているバルブであり、

15 バルブ V 1 の該一端の通路と、バルブ V 1 の該他端の一つの通路と、バルブ V 2 の該一端の通路と、バルブ V 3 の該一端の通路が該ブロック外部にそれぞれ開口部 A、B、C、D を有し、

20 バルブ V 1 の該他端の他の一つの通路と、バルブ V 2 の該他端の通路と、バルブ V 3 の該他端の通路とが連通している。

本例に係るモノブロックバルブ X 1 は、図 1 1 のバルブ A に示すように用いることができる。

図 1 1 に示すシステムは MOCVD 装置などの気化器に原料溶液を供給するためのシステムである。

25 モノブロックバルブ X 1 はモノブロックバルブ X 2 に接続される。モノブロックバルブ X 2 の詳細は実施例 2 において述べる。

モノブロックバルブ X 1 の V 2 から圧送ガス（例えば H e その他の不活性ガス）を導入すると、圧送ガスは V 1 を経由してモノブロックバルブ X 2 のバルブ 4 を介して原料溶液タンク 2 1 に導入される。原料溶液タンクにおいては圧送ガスの圧力によ



り原料溶液が押し出されモノブロックバルブX 2のバルブV 1を介してモノブロックバルブX 3, X 4を経由して気化器に送られる。

また、本例に係るモノブロックバルブについて、開口部Aをウオッシャー入口とし、開口部Cを圧送用ガス入口とし、開口部Dをパージガス入口とし、開口部Bを  
5 出口とすれば供給システムの洗浄にも用いることができる。

すなわち、まず、ウオッシャーをモノブロックバルブX 1のバルブV 1から導入する。ウオッシャーは、モノブロックバルブX 2のバルブV 3、V 2を経由してモノブロックバルブX 3に導入される。ウオッシャーは、さらに、モノブロックバルブX 3のバルブV 2、モノブロックバルブX 4のバルブV 2を流れる。これにより、原料溶液が通過した通路の洗浄が行われる。  
10

ウオッシャーによる洗浄の後、モノブロックバルブX 1のバルブV 3からパージガスとして例えばArガスなどの不活性ガスを導入する。経路はウオッシャーを同じ経路である。このパージガスにより通路内に残存するウオッシャーを除去する。

なお、ウオッシャーによる洗浄の前にパージガスによるパージを行うこともできる。特に、原料溶液を表面張力により落下させない状態にしておいた場合に有効である。通路の内径を例えば2 mm以下としておくと原料溶液は落下することなく通路に存在する。すなわち、浮いた状態で通路に存在する。その状態でパージガスを流すと通路に存在する原料溶液は通路の内壁から容易に離脱する。離脱した原料溶液は、パージガスに運ばれてパージガスとともに系外に出される。原料溶液を落下  
15 させてしまうと、パージガスを流しても落下点において滞在する原料溶液落下点から持ち上げることは困難である。また、原料溶液を溶解する溶媒を流したとしても原料溶液の拡散による除去を待たざるを得ない。それに対して、表面張力で浮いた状態にしておけば離脱させるための力は表面張力という弱い力であるため離脱させることが極めて容易である。  
20

25 なお、原料溶液としては、例えば、Sr (DPM)<sub>2</sub>、Bi (C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>)<sub>3</sub>、Ta (OC<sub>2</sub>H<sub>5</sub>)<sub>5</sub>、THFその他多数のものが上げられる。

また、ウオッシャーとしては原料溶液を溶解する溶媒を用いればよい。

開口部Aから開口部Bにいたる経路は水平乃至下降させておくことが好ましい。これにより、原料溶液の供給を停止した場合、原料溶液が滞留することを防止する

ことができる。そのためにはまず、モノブロックバルブ内の通路の方向及び角度を適宜選択する。そして、図 1 に示すような方向及び角度の通路の場合には、矢印で示す天面を上方に向くようにしてモノブロックバルブを取り付ければよい。

また、開口部 A は平坦な面に形成されていることが好ましい。平坦な面とすることにより他の装置に継手を介さずに接続させることができる。他の装置とシール部材を介して接続すればよい。例えば、NiTi より構成される超弾性金属材料製パイプ状ガスを介してボルトによるフランジ接続すればよい。かかる接続を行えば、従来例で述べたようなデッドゾーンが生じることを防止することができる。原料溶液供給系の洗浄が極めて容易になる。

## （実施例 2）

図 3 及び図 4 に本実施例に係るモノブロックバルブを示す。

本例では、一端に一通路と他端に三通路を有するバルブ V 1 と、一端に一通路と他端に一通路を有するバルブ V 2 と、一端に一通路と他端に一通路を有するバルブ V 3 と、一端に一通路と他端に二通路と有するバルブ V 4 とを該通路とともに一つのブロック内に形成されているバルブであり、

バルブ V 1 の該一端の通路と、バルブ V 1 の該他端の一つの通路と、バルブ V 2 の該一端の通路と、バルブ V 4 の該一端の通路と、バルブ V 4 の該他端の一つの通路が該ブロック外部にそれぞれ開口部 A、C、B、D、E を有し、

バルブ V 1 の該他端の他の一つの通路とバルブ V 2 の該他端の通路とが連通し、バルブ V 1 の該他端のさらに他の通路とバルブ V 3 の一端の通路とが連通し、バルブ V 3 の他端の通路とバルブ V 4 の他端の他の通路とが連通している。

本例のモノブロックバルブは、開口部 A を原料溶液入口とし、開口部 B を真空排気口とし、開口部 C を原料溶液出口とし、開口部 D を圧送ガス出口とし、開口部 E を圧送ガス入口として使用することができる。使用例を図 11 に示す。X2 が本例に係るモノブロックバルブである。これにより、原料溶液タンク 21 から原料溶液を気化器に送ることができる。

なお、開口部 A から開口部 C にいたる経路は水平乃至下降していることが好ましい。

また、開口部 A 及び開口部 D は平坦な面に形成すれば、継手を介することなくモ

ノブロックバルブX2を原料溶液タンク21に接続することができる。シールは実施例1で述べたと同様とすればよい。

(実施例3)

図5及び図6に本例に係るモノブロックバルブを示す。

- 5      本例のモノブロックバルブは、一端に一通路と他端に二通路を有するバルブV1と、一端に二通路と他端に一通路を有するバルブV2と、一端に一通路と他端に一通路を有するバルブV3と、一端に一通路と他端に一通路と有するバルブV4とを該通路とともに一つのブロック内に形成されているバルブであり、

- 10      バルブV1の該一端の通路と、バルブV2の該一端の一つの通路と、バルブV3の該一端の通路と、バルブV4の該一端の通路とが該ブロック外部にそれぞれ開口部E、C、D、Bを有し、

バルブV1の該他端の一つの通路とバルブV3の該他端の通路とが連通し、バルブV1の該他端の他の通路とバルブV2の他端の通路とが連通し、バルブV2の一端の他の通路とバルブV4の他端の通路とが連通しており、

- 15      一端がブロック外部に開口部Aを有し、他端が、バルブV1の該他端の他の通路とバルブV2の他端の通路とを連通する通路に連通している。

- 20      本例のモノブロックバルブでは、開口部Aを原料溶液出口とし、開口部Bを真空排気口とし、開口部Cを原料溶液入口とし、開口部Dをパージガス入口とし、開口部Eをウォッシャー入口とすることが好ましい。これにより図12においてX3で示すような使用方法ができる。

また、開口部Cから開口部Aにいたる経路は水平乃至下降していることが好ましい。

原料溶液元と開口部Cとの間にマスフローコントローラーが設けられていることが好ましい。

- 25      (実施例4)

図7及び図8に実施例4に係るモノブロックバルブを示す。

本例のモノブロックバルブは、一端に一通路と他端に一通路を有するバルブV1と、一端に一通路と他端に三通路を有するバルブV2と、一端に一通路と他端に一通路を有するバルブV3と、一端に一通路と他端に二通路と有するバルブV4と、

一端に一通路と他端に一通路を有するバルブV 5が該通路とともに一つのブロック内に形成されているバルブであり、

バルブV 1の該一端の通路と、バルブV 2の該一端の一つの通路と、バルブV 3の該一端の通路と、バルブV 4の該一端の通路と、バルブV 5の該一端の通路が該  
5 ブロック外部にそれぞれ開口部B、A、D、E、Fを有し、

バルブV 1の該他端の一つの通路とバルブV 2の該一端の通路とが連通し、バルブV 2の該他端の一つ通路とバルブV 3の他端の通路とが連通し、バルブV 2の該他端の他の通路とバルブV 4の他端の通路とが連通し、バルブV 4の他端の他の通路とバルブV 5の他端の通路とが連通しており、

10 一端がブロック外部に開口部Cを有し、他端が、バルブV 2の該他端のさらに他の通路と連通している。

開口部Aを混合原料溶液出口とし、開口部Bを原料溶液入口とし、開口部Cを他の原料溶液入口とし、開口部Dを真空排気口とし、開口部Eをウォッシャー入口とし、開口部Fをパージガス入口とすることにより図12に示す使用ができる。

15 また、開口部B及びCから開口部Aにいたる経路は水平乃至下降していることが好ましい。

また、原料溶液元と開口部Cとの間にマスフローコントローラーが設けられていることが好ましい。

を特徴とする請求項10乃至12のいずれか1項記載のモノブロックバルブ。

20 さらに、開口部Aは平坦な面に形成されていることが好ましい。これにより、モノブロックバルブを継手を介することなく気化器に取り付けることができる。

(実施例5)

図9及び図10に実施例11に係るモノブロックバルブを示す。

25 本例のモノブロックバルブと実施例4に示したモノブロックバルブとは平面図において、紙面を鏡とした鏡面对称をなしている。

従って、図11に示すように取り付け対象に対して、実施例4に係るモノブロックバルブと本例に係るモノブロックバルブとを左右対称に取り付けることが可能となる。

以上の実施例において、バルブはダイヤフラムバルブであることが好ま

しい。

また、原料溶液を表面張力で保持されるかどうかは、原料溶液の粘土、通路の内壁の表面粗度、通路の内径、原料溶液の温度などによって変わるが、MOCVD用の原料溶液の場合は、通路の内径を2 mm以下とすることが好ましい。1 mm以下がよ

5 り好ましい。下限は加工可能な値である。

#### 産業上の利用分野

本発明によれば、モノブロックバルブ内及び原料溶液供給ラインの洗浄を短時間でかつ容易に行うことが可能となる。

10 また、副生成物乃至反応生成物の残留が極めて少なくなる。

## 請 求 の 範 囲

1. 複数の通路と、該複数の通路と連通する複数のバルブとが一つの多面体ブロック内に形成されており、少なくとも一つの面が、液供給タンク乃至液供給先装置に
- 5 シール部材を介して直接接続できるようにされているブロックバルブが原料溶液タンク乃至気化器に取り付けられていることを特徴とする気化器への原料溶液供給系。
2. 一端に一通路と他端に二通路を有するバルブV 1 と、一端に一通路と他端に一通路を有するバルブV 2 と、一端に一通路と他端に一通路を有するバルブV 3 とを
- 10 該通路とともに一つのブロック内に形成されているバルブであり、
- バルブV 1 の該一端の通路と、バルブV 1 の該他端の一つの通路と、バルブV 2 の該一端の通路と、バルブV 3 の該一端の通路が該ブロック外部にそれぞれ開口部A、B、C、Dを有し、
- バルブV 1 の該他端の他の一つの通路と、バルブV 2 の該他端の通路と、バルブ
- 15 V 3 の該他端の通路とが連通しているモノブロックバルブが使用されていることを特徴とする気化器への原料溶液供給系。
3. 開口部Aを洗浄剤入口とし、開口部Cを圧送用ガス入口とし、開口部Dをパージガス入口とし、開口部Bを出口とすることを特徴とする請求項2記載の気化器への原料溶液供給系。
- 20 4. 開口部Aから開口部Bにいたる経路は水平乃至下降していることを特徴とする請求項3記載の気化器への原料溶液供給系。
5. 開口部Aは平坦な面に形成されていることを特徴とする請求項2乃至4のいずれか1項記載の気化器への原料溶液供給系。
6. 一端に一通路と他端に三通路を有するバルブV 1 と、一端に一通路と他端に一通路を有するバルブV 2 と、一端に一通路と他端に一通路を有するバルブV 3 と、
- 25 一端に一通路と他端に二通路と有するバルブV 4 とを該通路とともに一つのブロック内に形成されているバルブであり、
- バルブV 1 の該一端の通路と、バルブV 1 の該他端の一つの通路と、バルブV 2 の該一端の通路と、バルブV 4 の該一端の通路と、バルブV 4 の該他端の一つの通路

が該ブロック外部にそれぞれ開口部 A、C、B、D、E を有し、

バルブ V 1 の該他端の他の一つの通路とバルブ V 2 の該他端の通路とが連通し、  
バルブ V 1 の該他端のさらに他の通路とバルブ V 3 の一端の通路とが連通し、バル  
ブ V 3 の他端の通路とバルブ V 4 の他端の他の通路とが連通しているモノブロッ  
クバルブが用いられていることを特徴とする気化器への原料溶液供給系。

7. 開口部 A を原料溶液入口とし、開口部 B を真空排気口とし、開口部 C を原料溶  
液出口とし、開口部 D を圧送ガス出口とし、開口部 E を圧送ガス入口とすることを  
特徴とする請求項 6 記載の気化器への原料溶液供給系。

8. 開口部 A から開口部 C にいたる経路は水平乃至下降していることを特徴とする  
請求項 7 記載の気化器への原料溶液供給系。

9. 開口部 A 及び開口部 D は平坦な面に形成されていることを特徴とする請求項 7  
又は 8 記載の気化器への原料溶液供給系。

10. 一端に一通路と他端に二通路を有するバルブ V 1 と、一端に二通路と他端に  
一通路を有するバルブ V 2 と、一端に一通路と他端に一通路を有するバルブ V 3 と、  
一端に一通路と他端に一通路と有するバルブ V 4 とを該通路とともに一つのブロ  
ック内に形成されているバルブであり、

バルブ V 1 の該一端の通路と、バルブ V 2 の該一端の一つの通路と、バルブ V 3  
の該一端の通路と、バルブ V 4 の該一端の通路とが該ブロック外部にそれぞれ開口  
部 E、C、D、B を有し、

バルブ V 1 の該他端の一つの通路とバルブ V 3 の該他端の通路とが連通し、バル  
ブ V 1 の該他端の他の通路とバルブ V 2 の他端の通路とが連通し、バルブ V 2 の一  
端の他の通路とバルブ V 4 の他端の通路とが連通しており、

一端がブロック外部に開口部 A を有し、他端が、バルブ V 1 の該他端の他の通路  
とバルブ V 2 の他端の通路とを連通する通路に連通しているモノブロックバルブ  
が用いられていることを特徴とする気化器への原料溶液供給系。

11. 開口部 A を原料溶液出口とし、開口部 B を真空排気口とし、開口部 C を原料  
溶液入口とし、開口部 D をパージガス入口とし、開口部 E をウォッシャー入口とす  
ることを特徴とする請求項 10 記載の気化器への原料溶液供給系。

12. 開口部 C から開口部 A にいたる経路は水平乃至下降していることを特徴とす

る請求項 1 1 記載の気化器への原料溶液供給系。

1 3. 原料溶液元と開口部 C との間にマスフローコントローラーが設けられていることを特徴とする請求項 1 0 乃至 1 2 のいずれか 1 項記載の気化器への原料溶液供給系。

5 1 4. 一端に一通路と他端に一通路を有するバルブ V 1 と、一端に一通路と他端に三通路を有するバルブ V 2 と、一端に一通路と他端に一通路を有するバルブ V 3 と、一端に一通路と他端に二通路と有するバルブ V 4 と、一端に一通路と他端に一通路を有するバルブ V 5 が該通路とともに一つのブロック内に形成されているバルブであり、

10 バルブ V 1 の該一端の通路と、バルブ V 2 の該一端の一つの通路と、バルブ V 3 の該一端の通路と、バルブ V 4 の該一端の通路と、バルブ V 5 の該一端の通路が該ブロック外部にそれぞれ開口部 B、A、D、E、F を有し、

バルブ V 1 の該他端の一つの通路とバルブ V 2 の該一端の通路とが連通し、バルブ V 2 の該他端の一つ通路とバルブ V 3 の他端の通路とが連通し、バルブ V 2 の該  
15 他端の他の通路とバルブ V 4 の他端の通路とが連通し、バルブ V 4 の他端の他の通路とバルブ V 5 の他端の通路とが連通しており、

一端がブロック外部に開口部 C を有し、他端が、バルブ V 2 の該他端のさらに他の通路と連通しているモノブロックバルブが用いられていることを特徴とする気化器への原料溶液供給系。

20 1 5. 開口部 A を混合原料溶液出口とし、開口部 B を原料溶液入口とし、開口部 C を他の原料溶液入口とし、開口部 D を真空排気口とし、開口部 E をウォッシャー入口とし、開口部 F をパージガス入口とすることを特徴とする請求項 1 4 記載の気化器への原料溶液供給系。

1 6. 開口部 B 及び C から開口部 A にいたる経路は水平乃至下降していることを特徴とする請求項 1 5 記載の気化器への原料溶液供給系。  
25

1 7. 原料溶液元と開口部 C との間にマスフローコントローラーが設けられていることを特徴とする請求項 1 0 乃至 1 2 のいずれか 1 項記載の気化器への原料溶液供給系。

1 8. 開口部 A は平坦な面に形成されていることを特徴とする請求項 1 4 乃至 1 7



のいずれか 1 項記載の気化器への原料溶液供給系。

19. 前記平坦な面は、気化器が、シール部材を介して直接取り付け可能となっていることを特徴とする請求項 18 記載の気化器への原料溶液供給系。

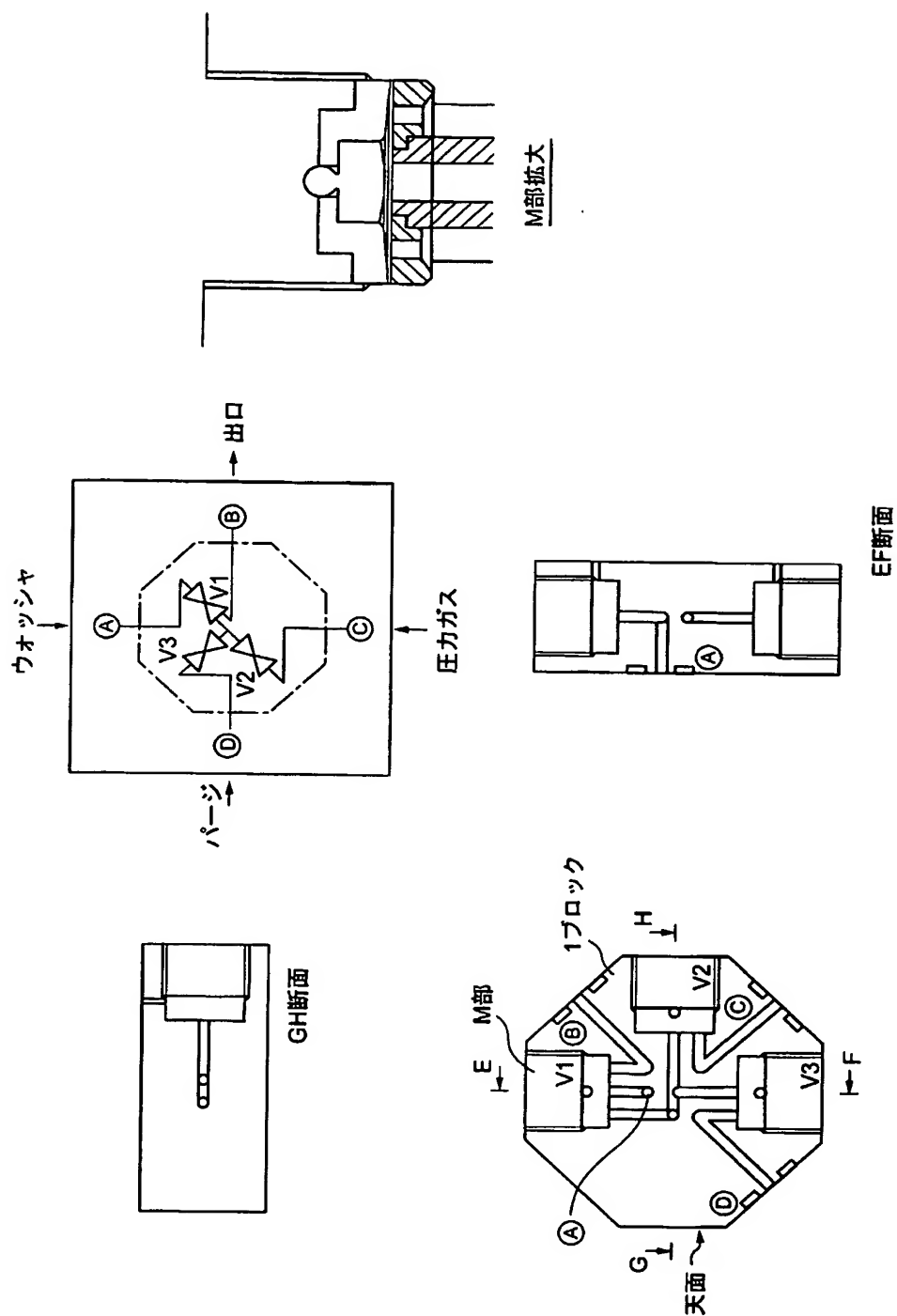
20. 前記バルブはダイヤフラムバルブであることを特徴とする請求項 1 乃至 19  
5 のいずれか 1 項記載の気化器への原料溶液供給系。

21. 通路の内径は 2 mm 以下であることを特徴とする請求項 1 乃至 20 のいずれ  
か 1 項記載の気化器への原料溶液供給系。

22. バルブ内の通路に原料溶液が表面張力により落下しないようにしておき、該  
通路にパージガスを流すことを特徴とする気化器への原料溶液供給系の洗浄方法。

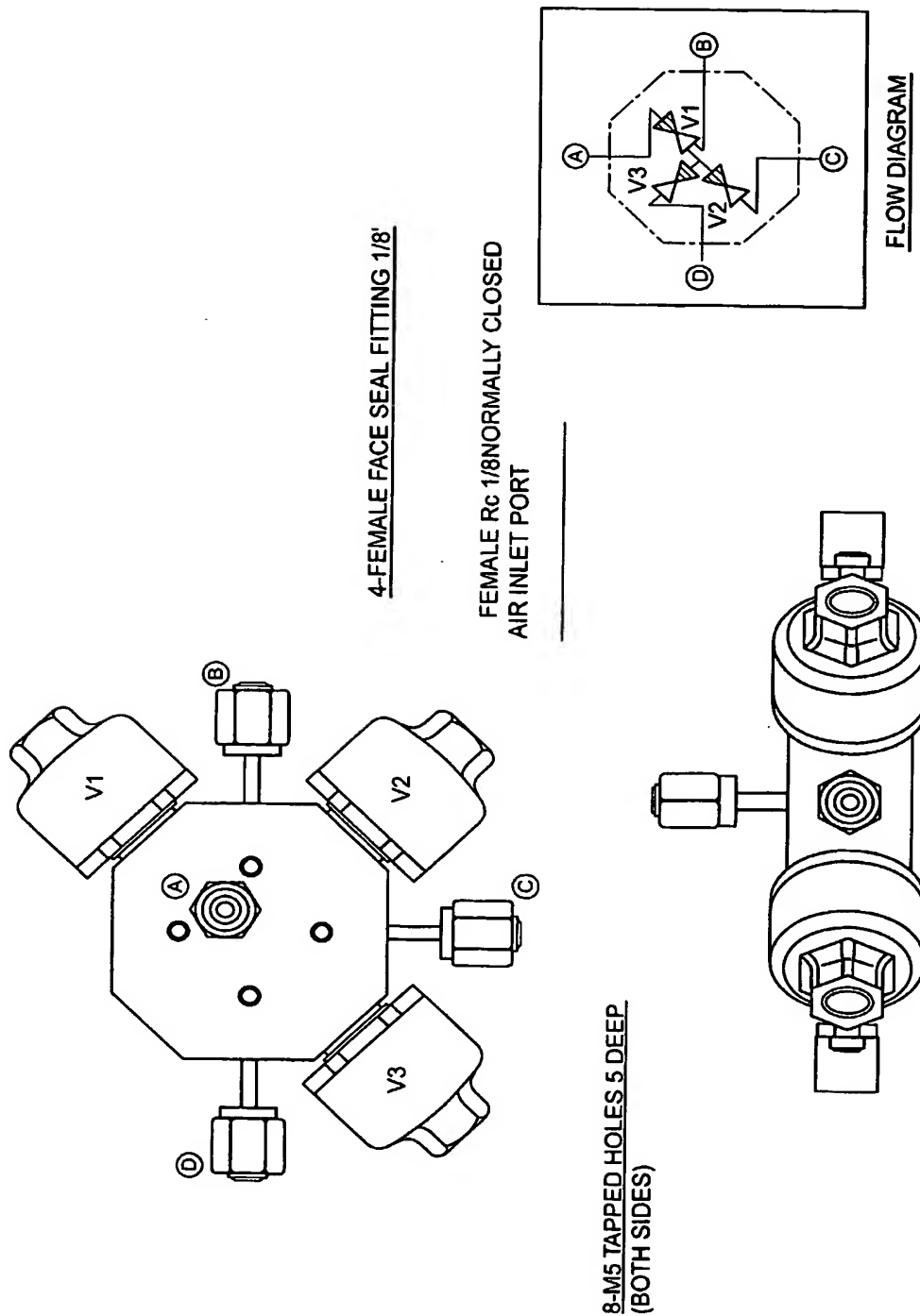
1/13

第 1 図

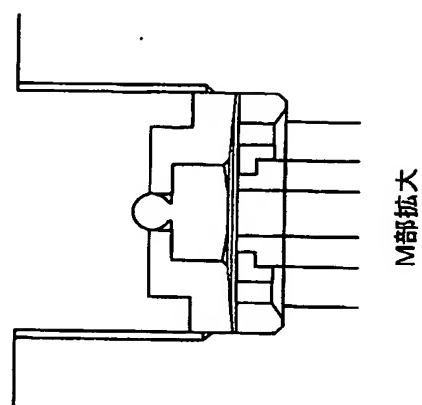


2/13

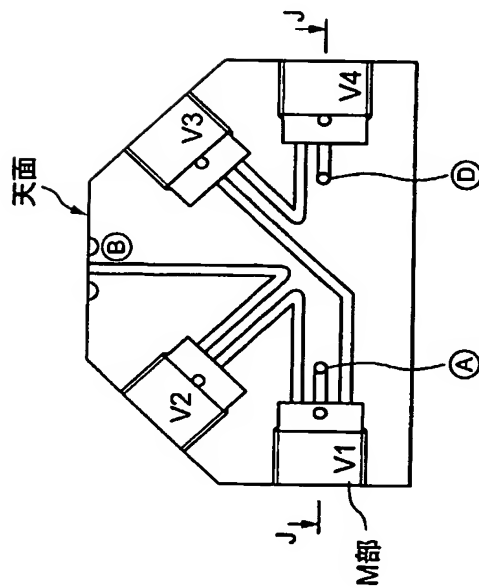
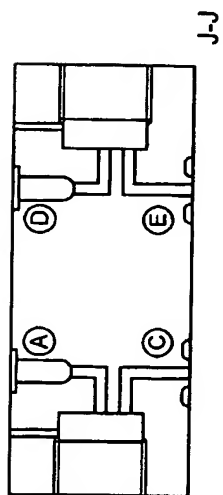
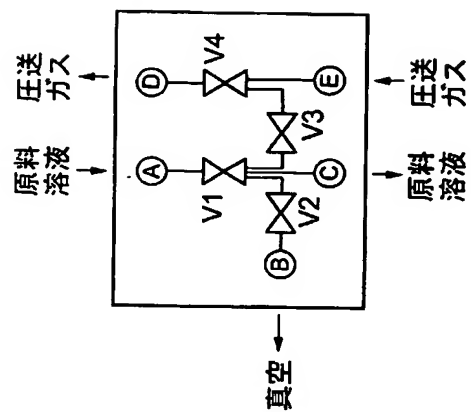
第 2 図



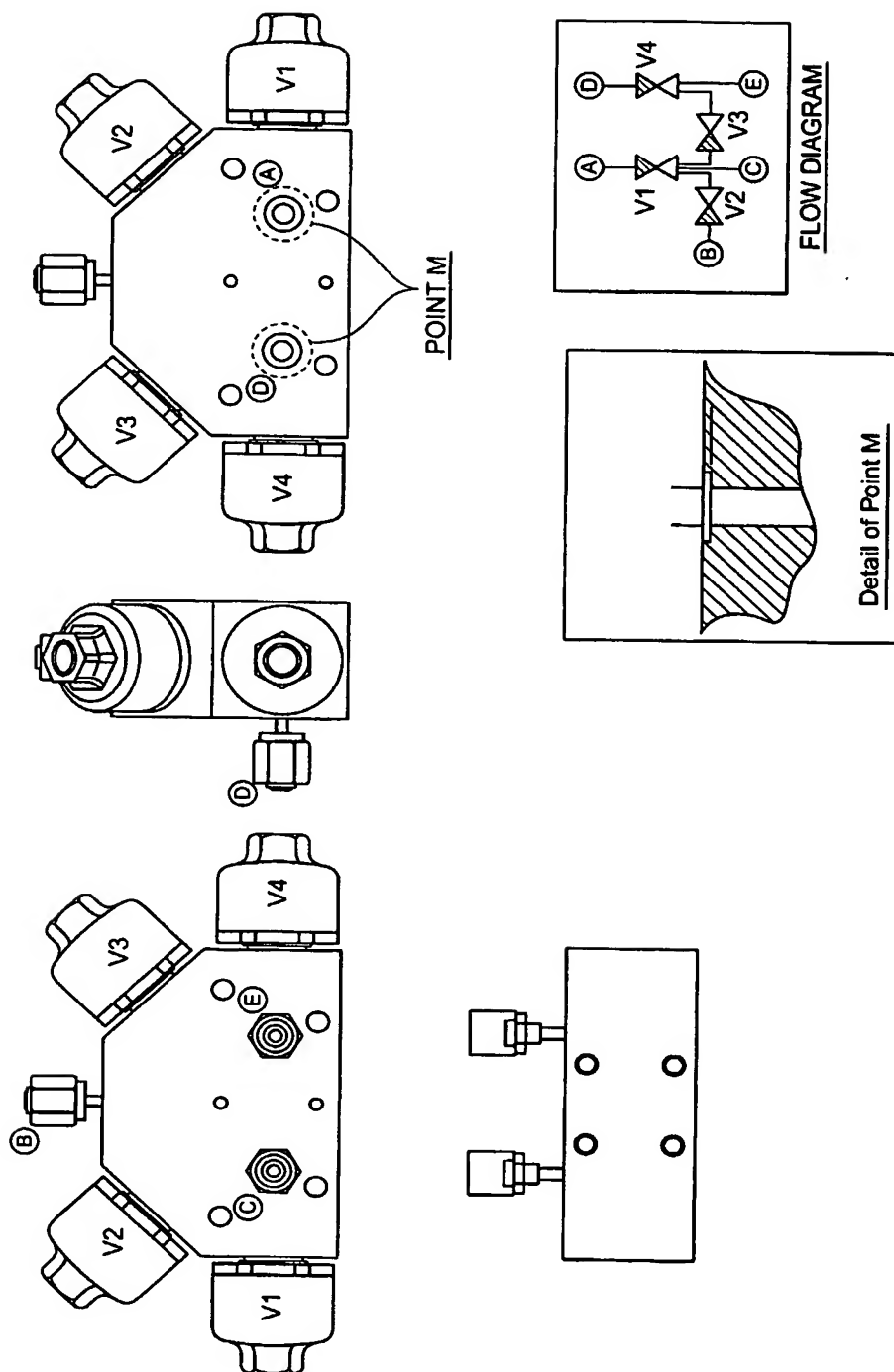
第3図



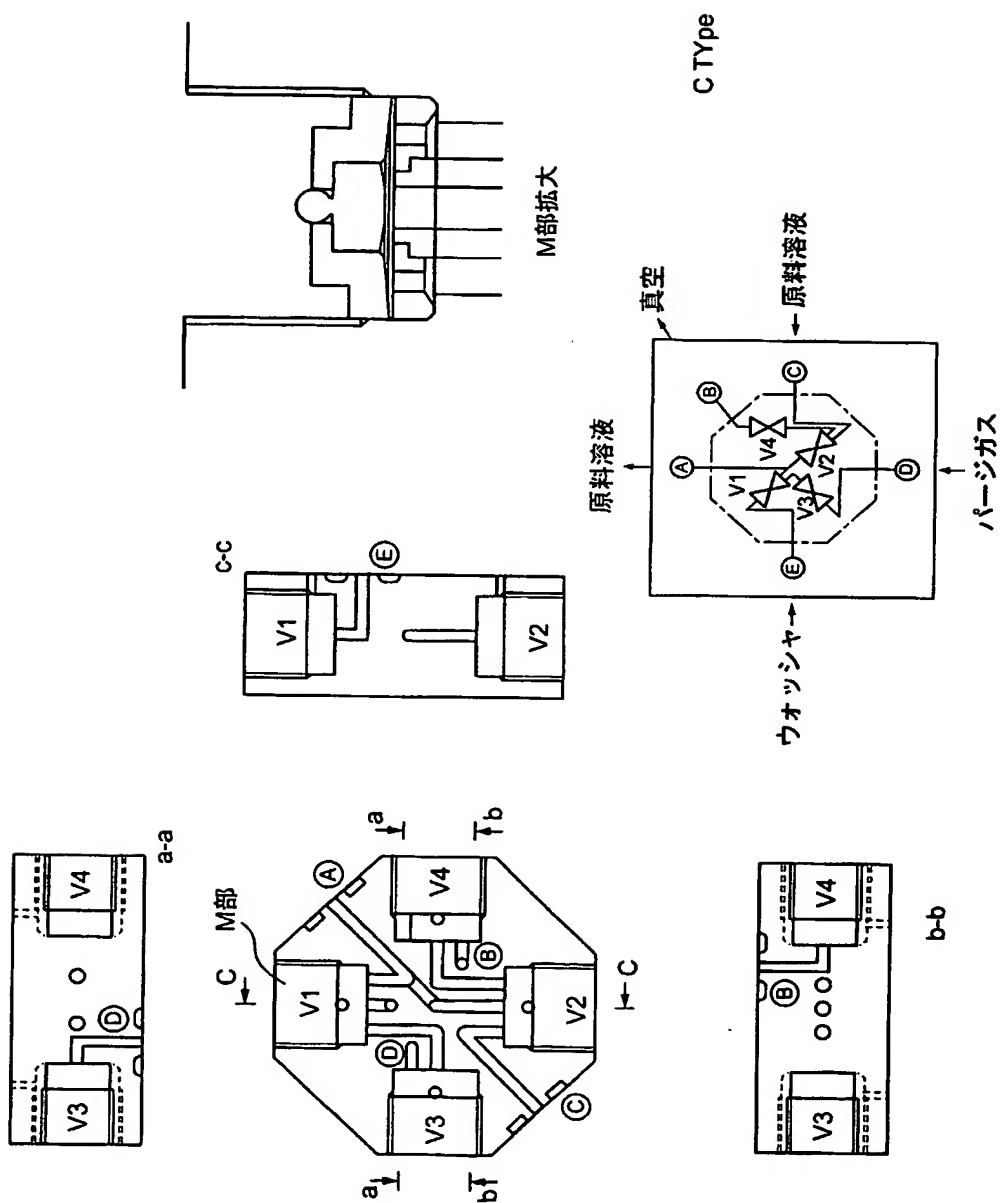
B Type



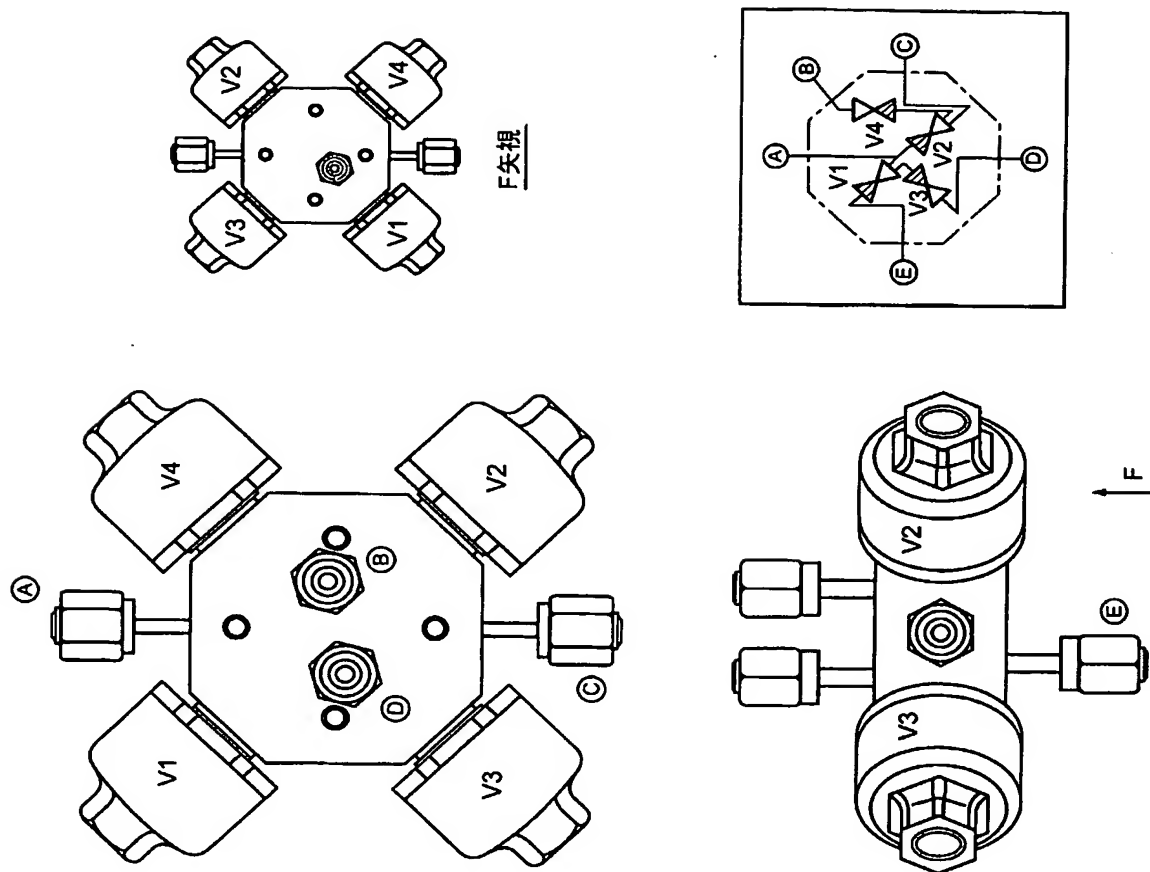
第4図



第5図

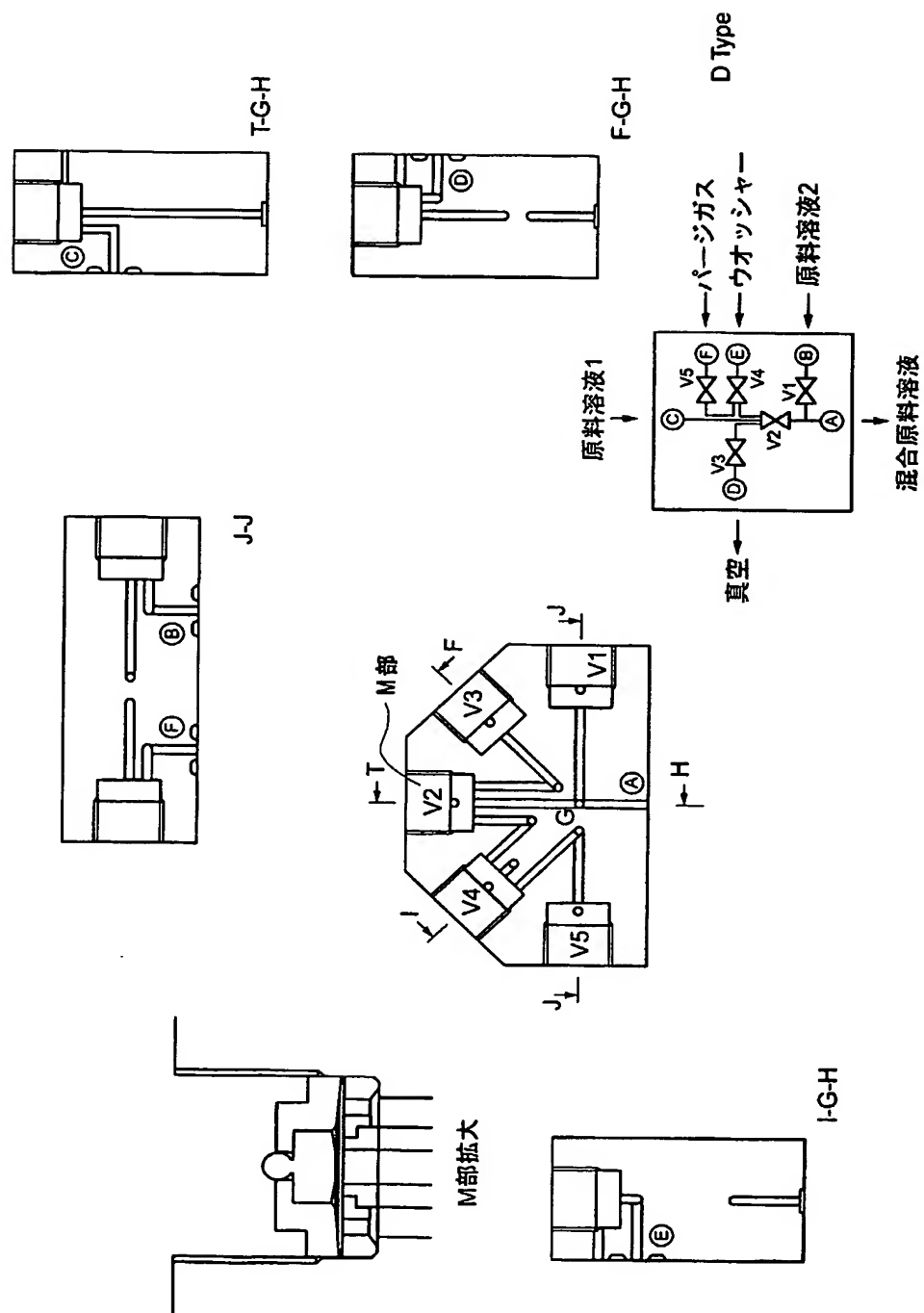


第 6 図



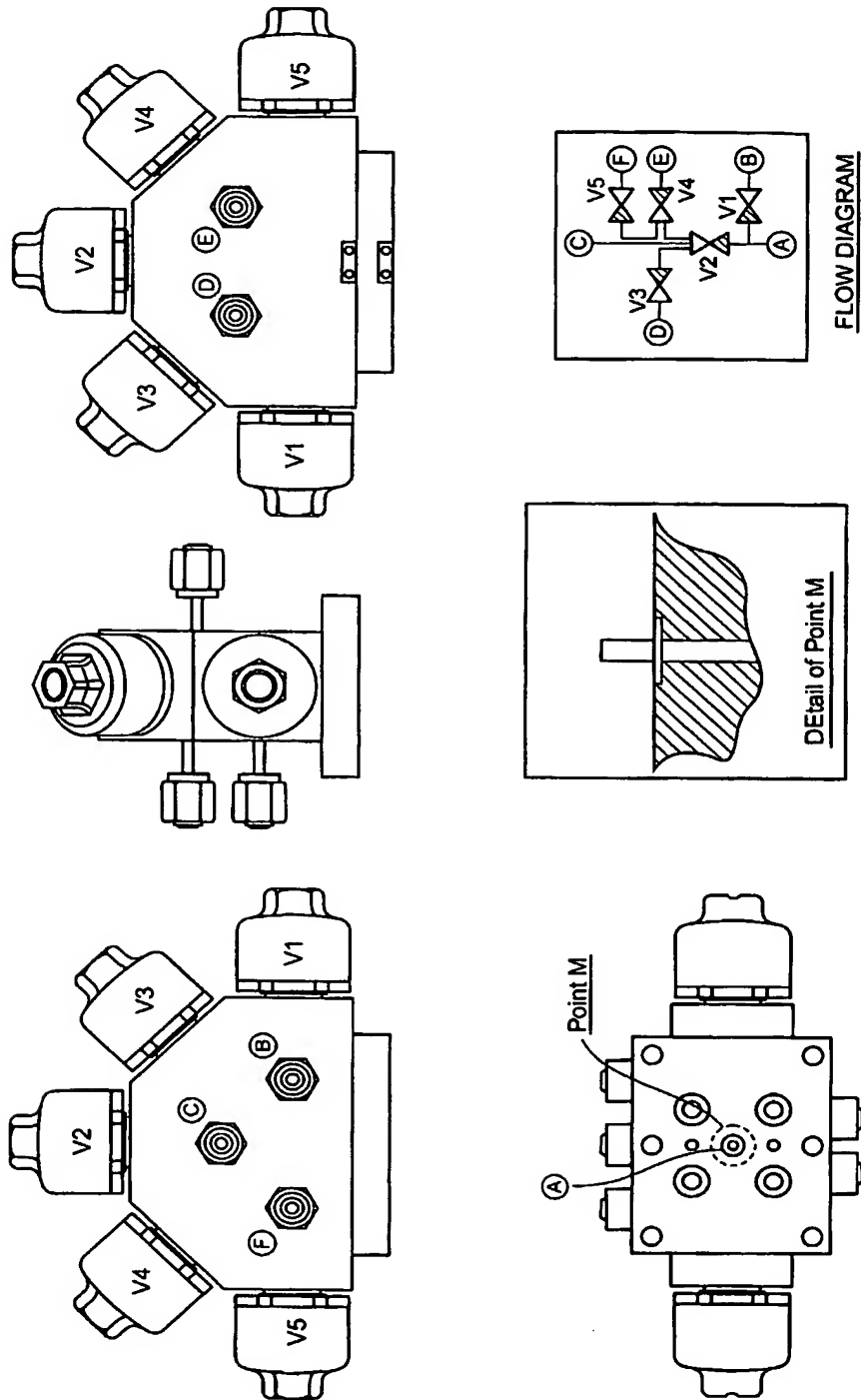
7/13

第 7 図

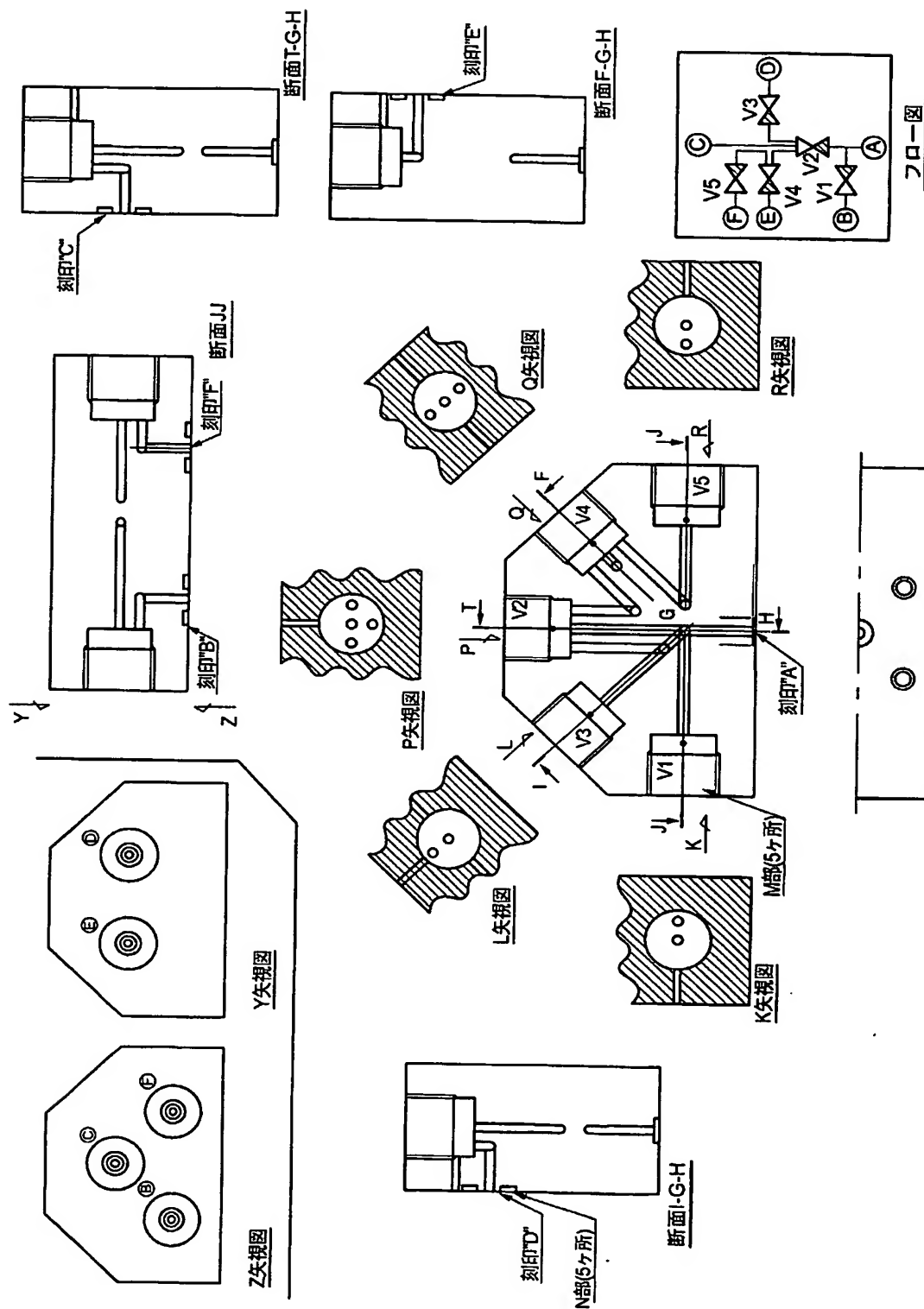




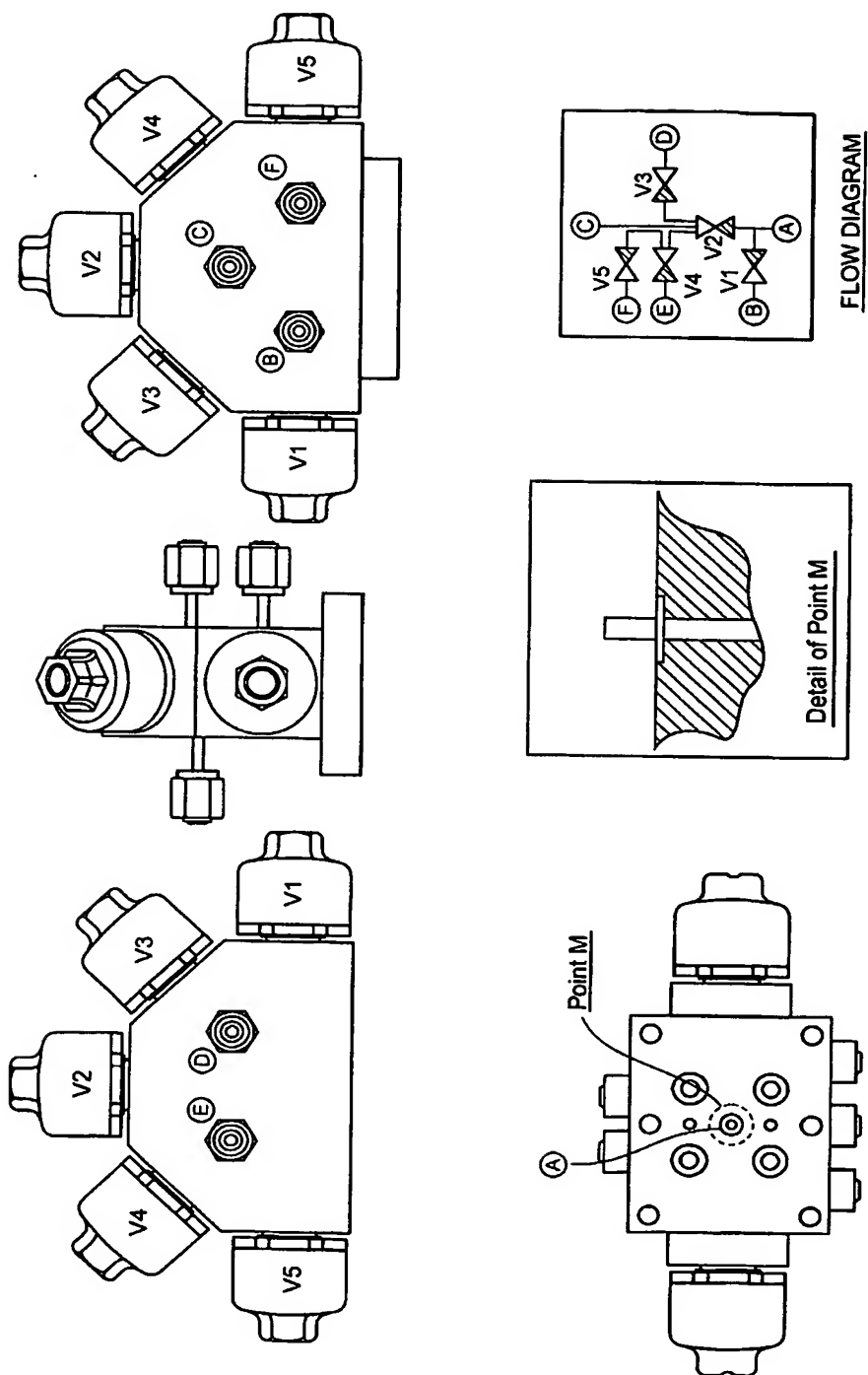
第 8 図



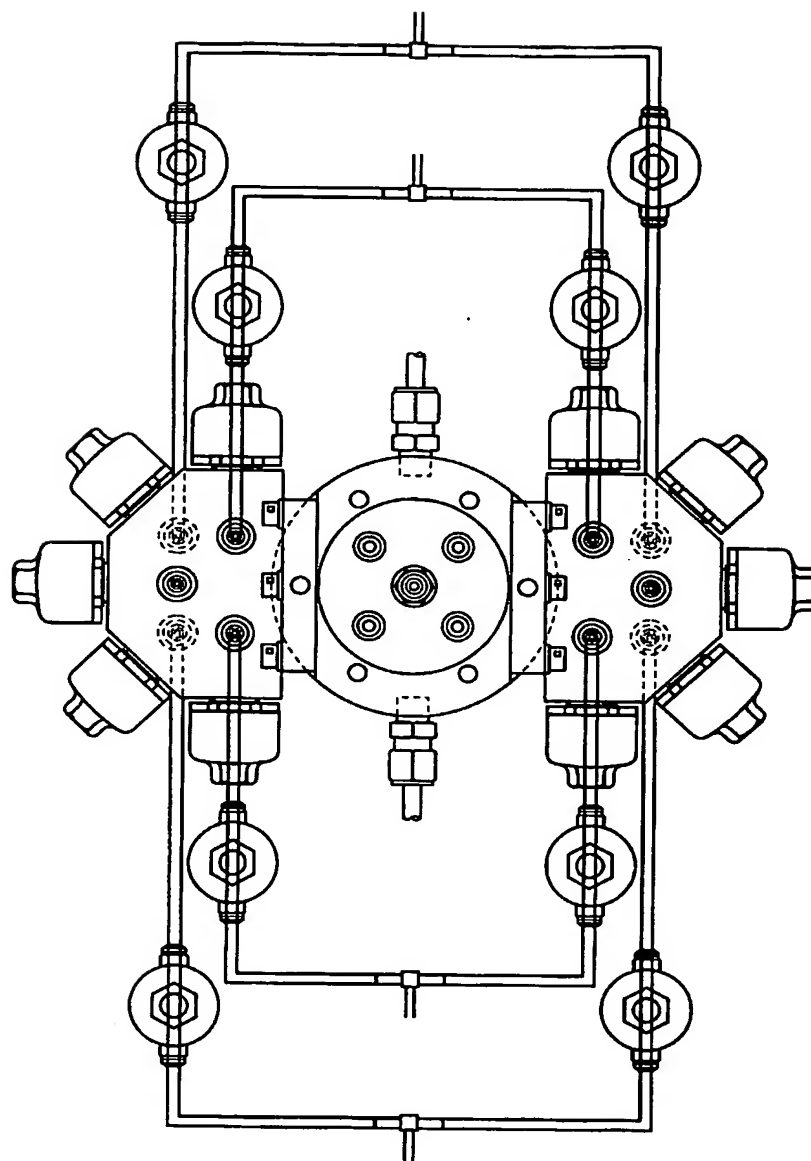
第9図



第 10 図

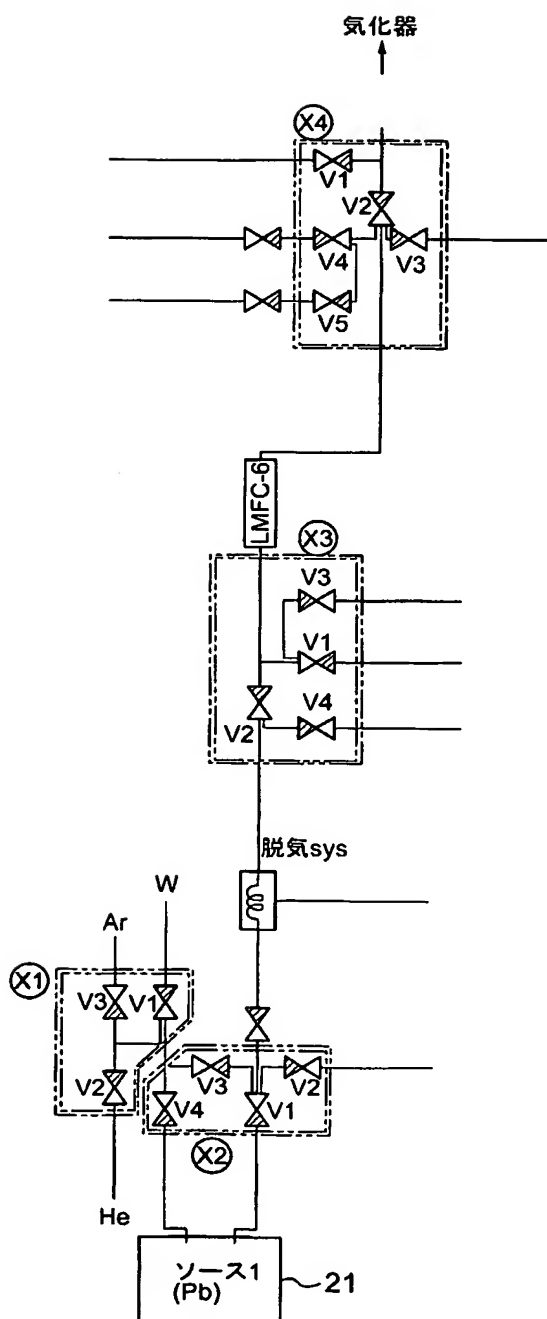


第 1 1 図

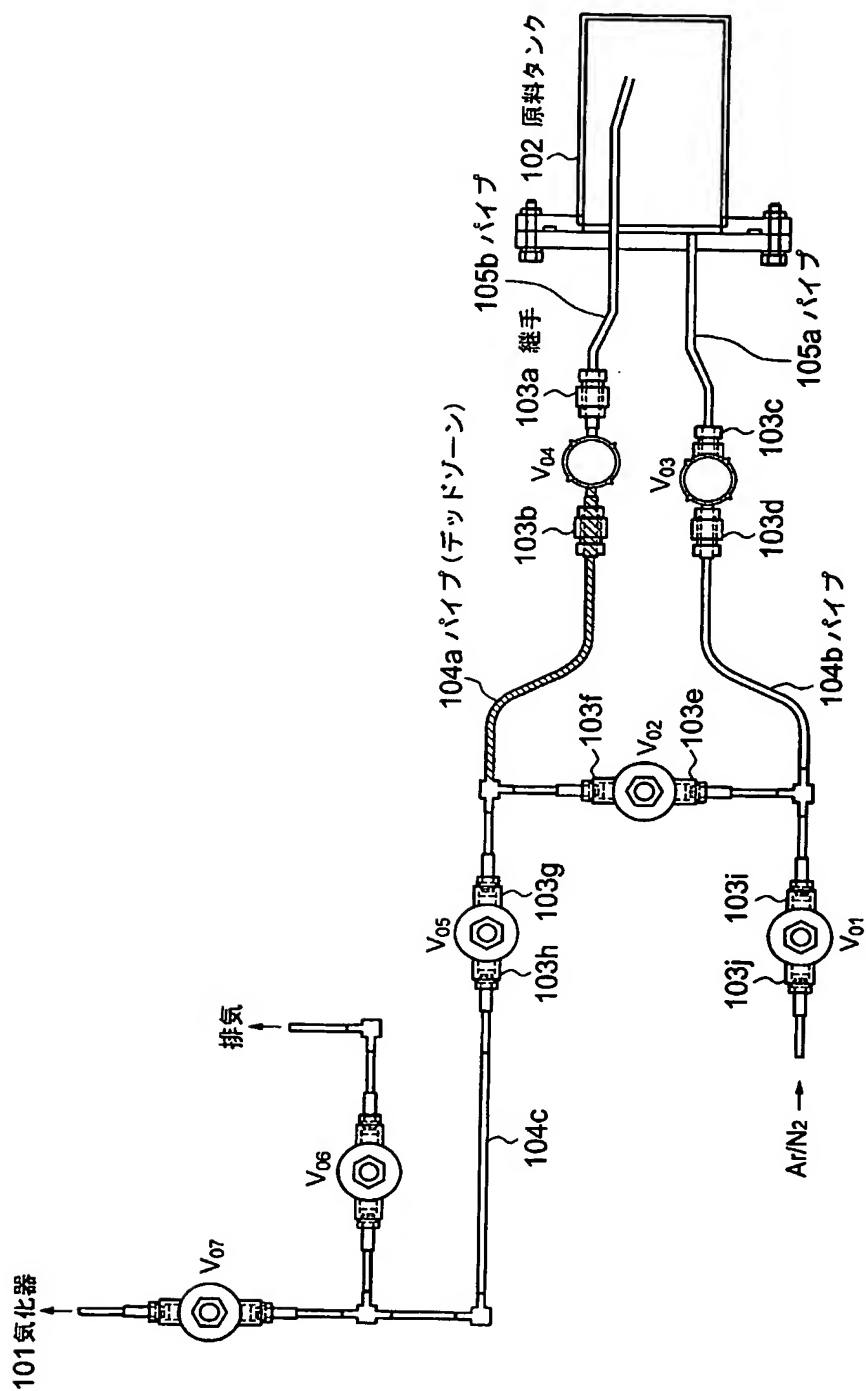


12/13

## 第 1 2 図



第 1 3 図



# INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP03/15405

## A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

Int.Cl<sup>7</sup> F17D1/08, H01L21/31, F16K27/00

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

## B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

Int.Cl<sup>7</sup> F17D1/08, H01L21/31, F16K27/00, C23C16/448, F17C13/04

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Jitsuyo Shinan Koho	1922-1996	Toroku Jitsuyo Shinan Koho	1994-2004
Kokai Jitsuyo Shinan Koho	1971-2004	Jitsuyo Shinan Toroku Koho	1996-2004

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

## C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y A	JP 6-117559 A (Hitachi, Ltd.), 26 April, 1994 (26.04.94), Full text; all drawings (Family: none)	1, 20, 21 2-19, 22
Y	JP 10-110849 A (Kokusai Electric Co., Ltd.), 28 April, 1998 (28.04.98), Full text; all drawings (Family: none)	1, 20, 21
Y	JP 11-288926 A (Nissin Electric Co., Ltd.), 19 October, 1999 (19.10.99), Full text; all drawings (Family: none)	1, 20, 21

☐ Further documents are listed in the continuation of Box C.

☐ See patent family annex.

\* Special categories of cited documents:  
 "A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance  
 "E" earlier document but published on or after the international filing date  
 "L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)  
 "O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means  
 "P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention  
 "X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone  
 "Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art  
 "&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search  
02 March, 2004 (02.03.04)

Date of mailing of the international search report  
16 March, 2004 (16.03.04)

Name and mailing address of the ISA/  
Japanese Patent Office

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.

## A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (IPC))

Int. Cl<sup>7</sup> F17D1/08, H01L21/31, F16K27/00

## B. 調査を行った分野

調査を行った最小限資料 (国際特許分類 (IPC))

Int. Cl<sup>7</sup> F17D1/08, H01L21/31, F16K27/00  
C23C16/448, F17C13/04

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

日本国実用新案公報 1922-1996年  
 日本国公開実用新案公報 1971-2004年  
 日本国登録実用新案公報 1994-2004年  
 日本国実用新案登録公報 1996-2004年

国際調査で使用した電子データベース (データベースの名称、調査に使用した用語)

## C. 関連すると認められる文献

引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
Y A	JP 6-117559 A (株式会社日立製作所) 1994. 0 4. 26, 全文, 全図 (ファミリーなし)	1, 20, 21 2-19, 22
Y	JP 10-110849 A (国際電気株式会社) 1998. 0 4. 28, 全文, 全図 (ファミリーなし)	1, 20, 21
Y	JP 11-288926 A (日新電機株式会社) 1999. 1 0. 19, 全文, 全図 (ファミリーなし)	1, 20, 21

☐ C欄の続きにも文献が列挙されている。☐ パテントファミリーに関する別紙を参照。

## \* 引用文献のカテゴリー

「A」 特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの  
 「E」 国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの  
 「L」 優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献 (理由を付す)  
 「O」 口頭による開示、使用、展示等に言及する文献  
 「P」 国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願

の日の後に公表された文献  
 「T」 国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの  
 「X」 特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの  
 「Y」 特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの  
 「&」 同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日

02. 03. 2004

国際調査報告の発送日

16. 3. 2004

国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁 (ISA/J P)

郵便番号100-8915

東京都千代田区霞が関三丁目4番3号

特許庁審査官 (権限のある職員)

内山 隆史

3M

9626

電話番号 03-3581-1101 内線 3376



**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning  
Operations and is not part of the Official Record**

**BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ BLACK BORDERS
- ☐ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- ☐ FADED TEXT OR DRAWING
- ☒ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
- ☐ SKEWED/SLANTED IMAGES
- ☐ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
- ☐ GRAY SCALE DOCUMENTS
- ☐ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
- ☐ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
- ☐ OTHER: \_\_\_\_\_

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.**